

FEROMANGAN		TCVN 3870 - 83
Phương pháp xác định hàm lượng cacbon		
Ферромарганец Методопределения содержания углерода	Ferromanganese. Method for the deter- mination of carbon content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích khí để xác định hàm lượng cacbon đến 7% trong feromangan.

Khi xác định cacbon trong feromangan phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3868 - 83

1. NGUYÊN TẮC

Đốt mẫu trong dòng khí oxy ở nhiệt độ 1250 — 1300^oC, hấp thụ khí cacbonic tạo thành bằng dung dịch kali hydroxit. Hàm lượng cacbon tính theo hiệu thể tích khí trước và sau khi hấp thụ.

2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Thiết bị xác định cacbon (xem sơ đồ).

Áp kế.

Ống sứ, nung suốt theo chiều dài ống ở 1250 — 1300^oC.

Thuyền sứ, nung 5 phút trong dòng khí oxy ở 1250^oC, bảo quản trong bình hút ẩm.

Kali hydroxit, dung dịch 40%.

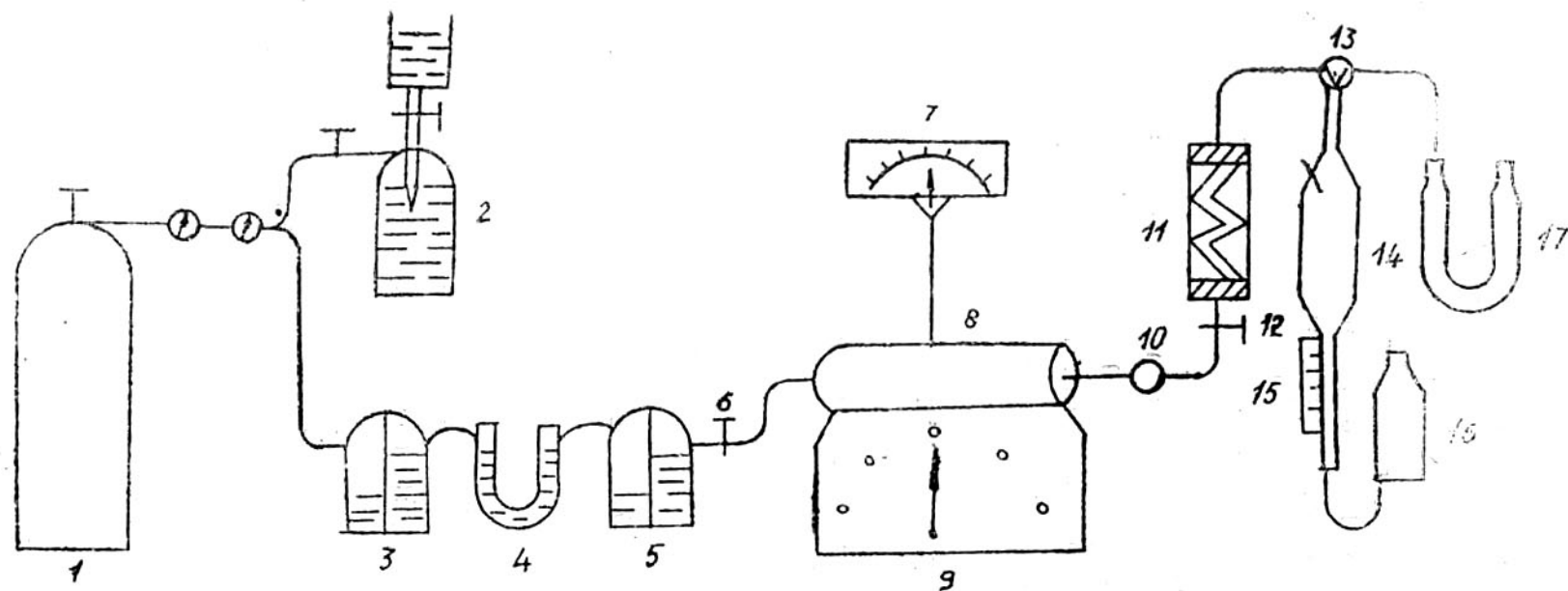
Kali pemanganat, dung dịch 4% trong dung dịch kali hydroxit 40%.

Vôi xút.

Canxi clorua khan.

Axit sunfuric.

Natri clorua, dung dịch 20% được axit hóa bằng axit sunfuric theo chỉ thị metyl da cam.



Sơ đồ thiết bị xác định cacbon

1. Bình khí oxy kèm theo bộ giảm áp; 2. Bình giảm áp; 3. Bình rửa khí chứa dung dịch kali pemanganat 4% trong kali hidroxit 40%; 4. Ống chữ U chứa vôi xút hay canxi clorua khan; 5. Bình rửa khí chứa axit sunfuric d 1,84; 6. Khóa 2 nhánh; 7. Cặp nhiệt và đồng hồ đo nhiệt; 8. Lò ống nằm ngang được đốt nóng bằng thanh cacbonsilic đến 1300°C ; 9. Biến thế điện; 10. Ống có bầu hình cầu chứa bông thủy tinh; 11. Ống sinh hàn; 12, 13. Khóa 3 nhánh; 14. Buret đo khí; 15. Thang đo; 16. Bình cân bằng chứa dung dịch natri clorua 20%; 17. Bình hấp thụ.

Chất chảy: thiếc kim loại, đồng kim loại hay bột axit đồng được nung 3—4 giờ ở nhiệt độ 850^oC. Hàm lượng cacbon trong chất chảy không lớn hơn 0,01%.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Trước hết kiểm tra độ kín của các mối nối và các khóa.

Đề khóa 12, 13 ở vị trí sao cho bình đo khí thông với không khí. Nâng bình cân bằng lên cho đến khi bình đo khí chứa đầy dung dịch natri clorua rồi xoay khóa 13 sang vị trí thông bình đo khí với bình hấp thụ. Hạ bình cân bằng xuống, dung dịch sẽ chảy từ buret về bình cân bằng, khi có dung dịch kiềm trong bình hấp thụ 17 sẽ dâng lên. Khi van nối của bình hấp thụ đóng lại thì xoay khóa 13 về vị trí thông buret với không khí. Nâng bình cân bằng lên để đầy hết không khí ra khỏi buret, đóng khóa 13 lại. Hạ bình cân bằng xuống. Nếu như thiết bị kín thì dung dịch ở trong các bình hấp thụ và bình đo khí không bị hạ xuống. Trong trường hợp ngược lại, phải tháo gỡ, lau chùi, bôi trơn lại các khóa, lắp và kiểm tra lại thiết bị như trên.

Để kiểm tra xem máy đã ổn định chưa, phải đốt 2 — 3 mẫu tiêu chuẩn feromangan có hàm lượng cacbon đã biết.

Căn cứ vào hàm lượng cacbon và vùng thang đo của buret đo khí lấy lượng cân mẫu theo bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng cacbon, %	Vùng đo của buret, %C	Lượng cân mẫu, g
Đến 1,2	0 — 1,5	1
Trên 1,2 đến 2,5	0 — 1,5	0,5
» 2,5 » 7	0 — 4,5	0,5

Cân mẫu, rải đều lên đáy thuyền sứ, phủ bột axit đồng (II) lên trên theo tỷ lệ 1 mẫu 2 chất chảy rồi đảo đều.

Đưa thuyền sứ vào vùng ống sứ nóng nhất, đẩy ngay nút cao su lại. Mở khóa 6 để thông khí oxy vào lò. Sau 1 phút từ từ mở khóa 12, 13 cho hỗn hợp khí tràn vào buret khí với tốc độ tăng dần sao cho thời gian hỗn hợp khí choán đầy buret là 5 — 6 phút. Khi mực dung dịch trong buret hạ thấp đến khoảng vạch

0,2 của thang đo thì đóng khóa 13 lại, tháo nút cao su ra và lấy thuyền sứ ra khỏi ống sứ.

Xê dịch bình cân bằng đọc theo thang chia độ để đạt tới vị trí cân bằng giữa mực dung dịch trong bình cân bằng và trong buret. Điểm đó tương đương với điểm không của thang chia độ.

Xoay khóa 13 về vị trí thông buret với bình hấp thụ. Nâng bình cân bằng lên để dồn hỗn hợp khí sang bình hấp thụ, chú ý quan sát không để sót bọt khí bám vào thành buret. Hạ bình cân bằng xuống để hỗn hợp khí dồn trở lại buret. Lặp lại sự hấp thụ khí cacbonic 2 lần nữa.

Đóng khóa 13 lại. Sau khoảng 20 — 30 giây, lấy lại mực thăng bằng dung dịch trong buret và bình cân bằng. Ghi chỉ số thang đo, đồng thời ghi nhiệt độ theo nhiệt kế và áp suất khí quyển theo áp kế.

Thải khí từ buret ra ngoài và chuẩn bị phân tích mẫu tiếp theo

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng cacbon (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{(A - B) \cdot K}{m}$$

trong đó:

A, B — trị số thang chia độ sau và trước khi hấp thụ khí dioxit cacbon, %.

K — hệ số hiệu chỉnh thể tích khí theo nhiệt độ và áp suất;

m — lượng cân mẫu, g.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng cacbon, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Đến 1,0	0,06
Trên 1,0 đến 3,0	0,10
" 3,0 " 6,0	0,16
" 6,0 " 7,0	0,20